

Multi-layer topcoats (multi-coat finishes) containing optical brighteners (fluorescent whiteners)

Patent number: DE3642621
Publication date: 1988-06-23
Inventor: BOCK GUSTAV DIPL CHEM DR [DE]; SAPPER
EKKEHARD DIPL CHEM DR [DE]
Applicant: BASF LACKE & FARBEN [DE]
Classification:
- **international:** C09D7/12; C09D5/12; C09D5/38; B05D5/06; B05D7/26;
B05D1/36; C09D5/36
- **european:** B05D5/06T3; B05D7/00N2C; C09D7/00P
Application number: DE19863642621 19861213
Priority number(s): DE19863642621 19861213

Abstract of DE3642621

The present invention relates to multi-layer topcoats consisting of a basecoat, which contains metal pigments and/or colour pigments, and a clearcoat. Within the basecoat and/or the clearcoat, in a proportion of from 0.01 to 10% by weight based on the respective coat, a compound of the general formula is employed in which the radicals R<1> are identical or different and are C1 to C4 alkyl or C1 to C4 alkoxyethyl and the radical R<2> is C1-C 8 alkyl. The present invention also relates to processes for producing the multi-layer topcoats.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①2 Offenlegungsschrift
①1 DE 3642621 A1

②1 Aktenzeichen: P 36 42 621.0
②2 Anmeldetag: 13. 12. 86
②3 Offenlegungstag: 23. 6. 88

⑤1 Int. Cl. 4:
C 09 D 7/12

C 09 D 5/12
C 09 D 5/38
B 05 D 5/06
B 05 D 7/26
B 05 D 1/36
// C 09 D 5/36

Behördeneigentum

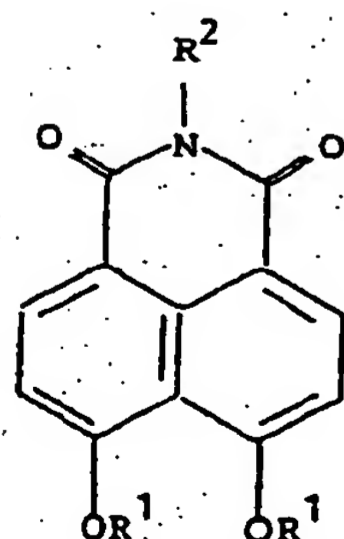
DE 3642621 A1

⑦1 Anmelder:
BASF Lacke + Farben AG, 4400 Münster, DE

⑦2 Erfinder:
Bock, Gustav, Dipl.-Chem. Dr., 6730 Neustadt, DE;
Sapper, Ekkehard, Dipl.-Chem. Dr., 4412 Ostbevern,
DE

⑤4 Optische Aufheller enthaltende Mehrschicht-Decklackierungen

Die vorliegende Erfindung betrifft Mehrschichtdecklackierungen, die aus einer Metallepigmente und/oder Farbpigmente enthaltenden Basislackierung und einer Klarlackschicht bestehen. Im Basislack und/oder im Klarlack werden in einem Anteil von 0,01 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die jeweilige Lackschicht, einer Verbindung der allgemeinen Formel

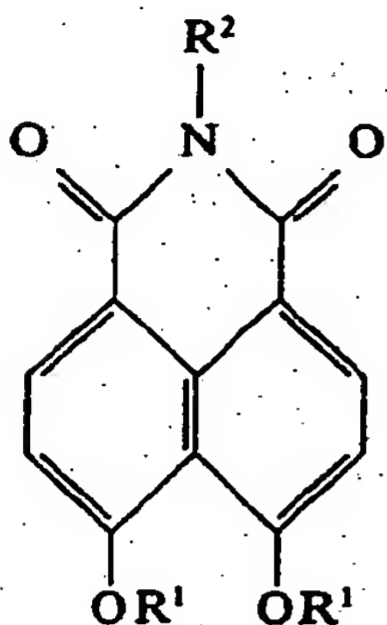


in der die Reste R¹ gleich oder verschieden sind und C₁- bis C₄-Alkyl oder C₁- bis C₄-Alkoxyethyl bedeuten und der Rest R² C₁-C₈-Alkyl bedeutet, enthalten sind, eingesetzt. Die vorliegende Erfindung betrifft auch Verfahren zur Herstellung der Mehrschichtdecklackierungen.

DE 3642621 A1

Patentansprüche

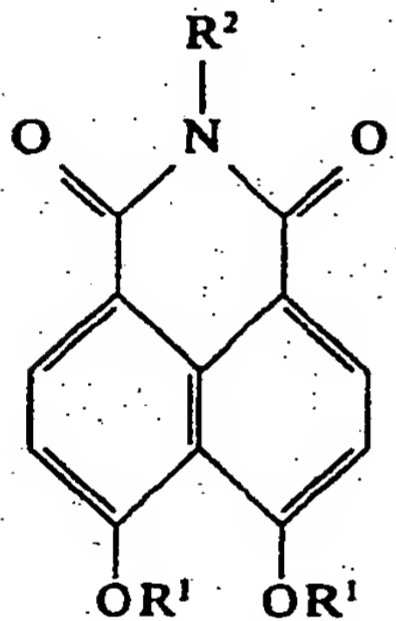
1. Mehrschichtdecklackierung, bestehend aus einer Metallpigmente und/oder Farbpigmente enthaltenden Basislackierung und einer Klarlackschicht, dadurch gekennzeichnet, daß im Basislack und/oder im Klarlack in einem Anteil von 0,01 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die jeweilige Lackschicht, einer Verbindung der Naphthalimidreihe der allgemeinen Formel



(I)

in der die Reste R¹ gleich oder verschieden sind und C₁- bis C₄-Alkyl oder C₁- bis C₄-Alkoxyethyl bedeuten und der Rest R² C₁- bis C₈-Alkyl bedeutet, enthalten sind.

2. Verfahren zur Herstellung einer Mehrschichtdecklackierung, bei dem eine Klarlackschicht auf eine Metallpigmente und/oder Farbpigmente enthaltende Basislackierung aufgetragen wird, dadurch gekennzeichnet, daß im Basislack und/oder Klarlack in einem Anteil von 0,01 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die jeweilige Lackschicht, einer Verbindung der Naphthalimidreihe der allgemeinen Formel in der die Reste R¹



(I)

gleich oder verschieden sind und C₁- bis C₄-Alkyl oder C₁- bis C₄-Alkoxyethyl bedeuten und der Rest R² C₁- bis C₈-Alkyl bedeutet, enthalten sind.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Klarlackschicht nach dem Naß-in-naß-Verfahren auf die Basislackierung aufgetragen wird.

4. Mehrschichtdecklackierung oder Verfahren zur Herstellung einer Mehrschichtdecklackierung nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungen der allgemeinen Formel (I) in einem Anteil von 0,5 bis 2 Gew.-%, bezogen auf die sie enthaltende Lackschicht, verwendet werden.

5. Mehrschichtdecklackierung oder Verfahren zur Herstellung einer Mehrschichtdecklackierung nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Basislackierung Spezialeffektpigmente enthält.

6. Mehrschichtdecklackierung oder Verfahren zur Herstellung einer Mehrschichtdecklackierung nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß eine Schwarzpigmente enthaltende Basislackierung die Verbindungen der allgemeinen Formel (I) enthält.

7. Mehrschichtdecklackierung oder Verfahren zur Herstellung einer Mehrschichtdecklackierung nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel (I) R¹ = Methyl oder Ethyl und R² = CH₂CH(C₂H₅)(C₄H₉) bedeuten.

8. Mehrschichtdecklackierung oder Verfahren zur Herstellung einer Mehrschichtdecklackierung nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Basislackierung Metallpigmente und ggf. Farbpigmente sowie die Verbindung der allgemeinen Formel (I) enthält und der Klarlack keine Verbindung der Formel (I) aufweist.

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Mehrschicht-Decklackierung, bestehend aus einer Metallpigmente und/oder Farbpigmente enthaltenden Basislackierung und einer Klarlackschicht, sowie ein Verfahren zur Herstellung der Mehrschichtdecklackierung.

An die Decklackierung von Automobilkarossen werden besonders hohe Anforderungen gestellt, da diese über Jahre hinweg die optische Qualität der Karosse gewährleisten müssen. Im Zusammenwirken mit dem Gesamtlackaufbau trägt der Decklack dazu bei, das mechanische Eigenschaftsniveau der Lackierung zu gewährleisten. Gute Haftung zum Untergrund, ein abgestimmtes Maß an Verformbarkeit und Elastizitätsverhalten bei gleichzeitig hoher Härte der Filmoberfläche seien besonders angeführt. Hoher Glanz, guter Verlauf, Beständigkeit gegen UV-Einstrahlung und andere Wettereinflüsse, Unempfindlichkeit gegenüber Chemikalien und Lösungsmitteln sind weitere Forderungen, die ein Decklack erfüllen muß. In vielen Fällen besteht die Decklackierung aus einer Mehrschichtlackierung, die aus einer Pigmente enthaltenden Basisschicht und einer darauf aufgetragenen Klarlackschicht besteht. Insbesondere bei den Metalleffekt-Lacken findet das Zweischichtverfahren Anwendung. Im Zweischichtverfahren findet man die Kombination einer relativ dünnen Basislackschicht, die durch farbgebende Pigmente und Aluminiumplättchen für den Effekt und den Farbton verantwortlich ist, mit einem beispielsweise naß-in-naß aufgetragenen transparenten Klarlack.

In vielen Fällen besteht der Wunsch nach einer optischen Aufhellung eines Automobildecklackes. Es ist bekannt, insbesondere in Klarlacken und in weißpigmentierten Lacken und Anstrichfarben optische Aufheller einzusetzen. Aus der DE-OS 25 20 642 sind Verbindungen der Naphthalimidreihe als optische Aufheller insbesondere für lineare Polyester bekannt. Die beschriebenen Verbindungen verfügen über eine gute Temperaturstabilität, eine gute Lichtechtheit, über eine hohe Farbstärke und einen hohen Weißgrad.

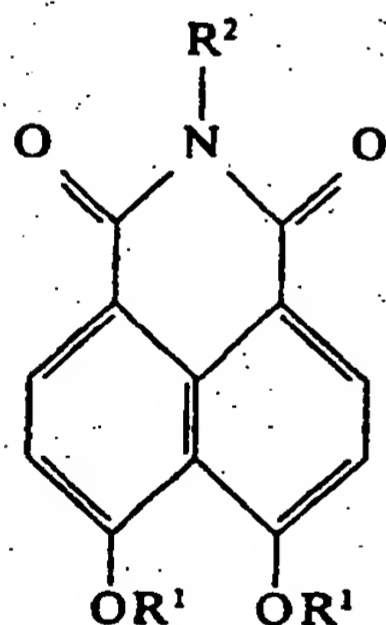
Die JP-AS 5596/71 beschreibt Verbindungen der Naphthalimidreihe zur Anfärbung von Acetat- und Polyesterfasern in lichtechten weißen Farbtönen. Es handelt sich dabei um Dialkoxynaphthalsäureimide und deren N-Substitutionsprodukte.

Aus der japanischen Offenlegungsschrift 13 953/1971 sind Verfahren zur optischen Aufhellung von Naturfasern, halbsynthetischen und synthetischen Fasern durch Zusatz von Dialkoxynaphthalsäureimiden bekannt. Der Einsatz dieser optischen Aufheller in Lacken — insbesondere in Mehrschichtlackierungen — wird nicht erwähnt.

Die japanische Offenlegungsschrift 25 876/1975 betrifft Verfahren zum Aufhellen von synthetischen Fasern enthaltendem Textilmaterial, wobei als Fasern Polyesterfasern, Polyetherfasern, Cellulosefasern und deren Gemische genannt werden. Als optische Aufheller werden unter anderem 4,5-Dialkoxy-N-alkylnaphthalimide eingesetzt.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand darin, eine Mehrschichtdecklackierung zu schaffen, die optisch aufgehellt ist und bei der insbesondere der Gelbanteil des jeweils verwendeten Farbtons unterdrückt wird. Die optische Aufhellung soll wirkungsvoll und durch einfache Maßnahmen zu erzielen sein. Die gelbliche Eigenfarbe vieler Klarlacke soll kompensiert werden, und es soll die Leuchtkraft der unter dem Klarlack befindlichen weiß oder bunt pigmentierten Schicht verstärkt sein. Die verwendeten optischen Aufheller sollten temperaturstabil und lichtecht sein, und sie sollen über eine hohe Farbstärke und über einen hohen Weißgrad verfügen. Des weiteren müssen die optischen Aufheller mit den verschiedensten Lacksystemen verträglich sein.

Die der vorliegenden Erfindung zugrundeliegende Aufgabe wird durch die Mehrschichtdecklackierung der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß im Basislack und/oder im Klarlack in einem Anteil von 0,01 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die jeweilige Lackschicht, einer Verbindung der Naphthalimidreihe der allgemeinen Formel



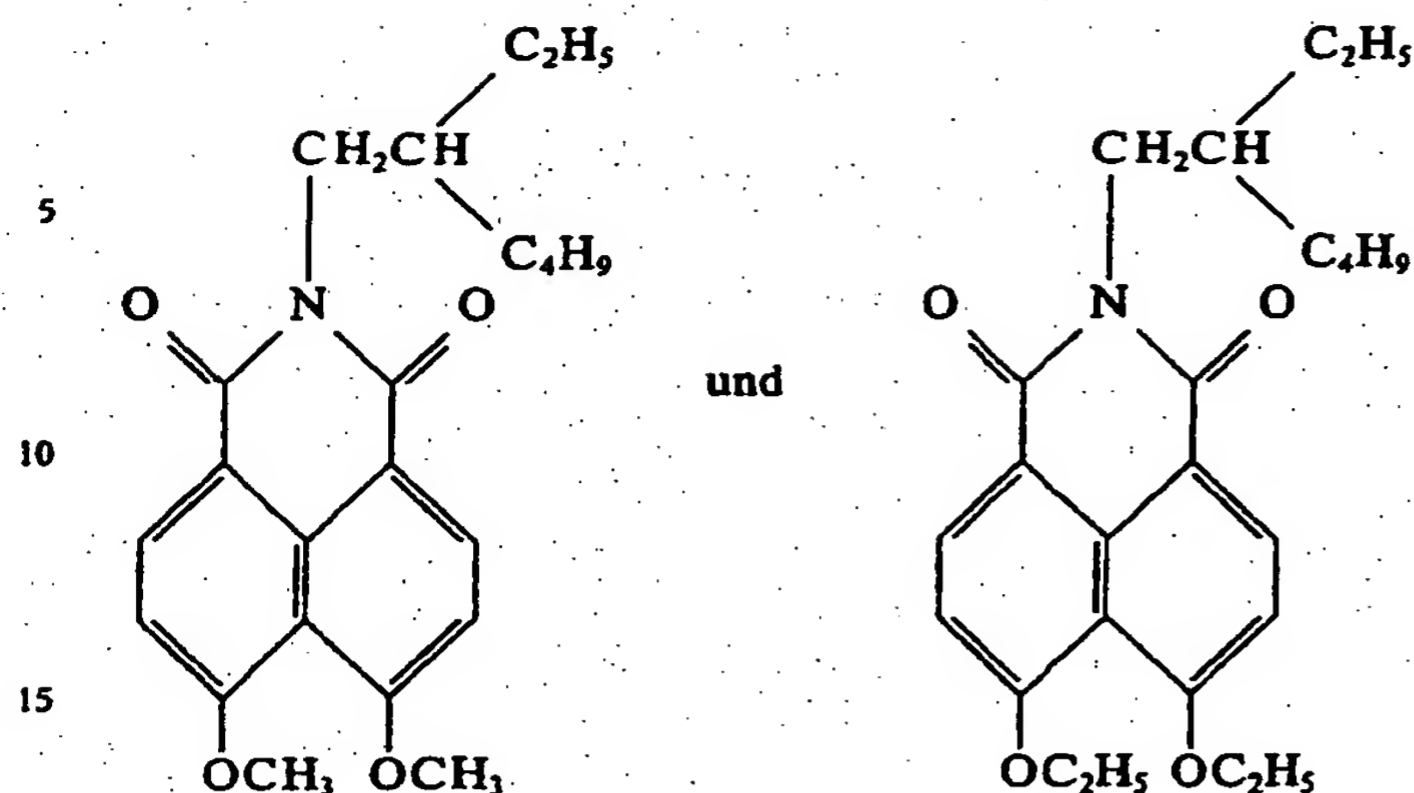
(I)

in der die Reste R¹ gleich oder verschieden sind und C₁- bis C₄-Alkyl oder C₁ — C₄-Alkoxyethyl bedeuten und der Rest R² C₁ — C₈-Alkyl bedeutet, enthalten sind.

Bevorzugt werden die Naphthalsäureimide der Formel (I) in einem Anteil von 0,5 bis 2 Gew.-%, bezogen auf die sie enthaltende Lackschicht, eingesetzt. Die optischen Aufheller der Formel (I) verfügen nur dann über eine besondere optische Wirkung, wenn sie in Zweischichtsystemen eingesetzt werden. Besonders vorteilhaft ist dabei die Einarbeitung im Basislack. Die optischen Aufheller verfügen auch über eine gute Wirkung, wenn sie im transparenten Klarlack eingesetzt werden, im Klarlack sind sie jedoch nicht so lange beständig wie im Basislack. Die Einarbeitung der beschriebenen optischen Aufheller erfolgt durch Lösen in üblichen polaren Lösungsmitteln oder durch Anreiben in Teilen des verwendeten Bindemittels.

Besonders bevorzugt werden als optische Aufheller 4,5-Dimethoxy-N-2-ethylhexyl-naphthalsäureimid (R¹ = CH₃; R² = CH₂CH(C₂H₅)(C₄H₉)) und 4,5-Diethoxy-N-2-ethylhexyl-naphthalsäureimid (R¹ = C₂H₅; R² = CH₂CH(C₂H₅)(C₄H₉)) eingesetzt.

Die Verbindungen



sind aufgrund der günstigen Herstellungsmöglichkeiten und ihrer guten Verträglichkeit mit den verschiedensten Bindemittelklassen bevorzugt einsetzbar.

Die Reste R¹ können des weiteren beispielsweise Propyl-, Butyl-, Methoxyethyl-, Ethoxyethyl-, Propoxyethyl- oder Butoxyethylreste sein.

Die Reste R² können alle möglichen C₁—C₈-Alkylreste bedeuten, wobei diese selbstverständlich auch verzweigt sein können. Besonders bevorzugt stellt R²—CH₂CH(C₂H₅)(C₄H₉) dar.

Die Herstellung der 4,5-Dialkoxynaphthalsäureimide ist beispielsweise beschrieben in der DE-OS 25 20 642.

Als Basislack kommen sowohl Metallic-Basislacke, Uni- oder Spezialeffekt-Basislacke in Frage.

Unter Spezialeffekt-Basislacken sind Basislacke mit Spezialeffektpigmenten, wie z. B. Perlglanzpigmenten, die z. B. unter dem Markennamen Iriodin erhältlich sind, zu verstehen.

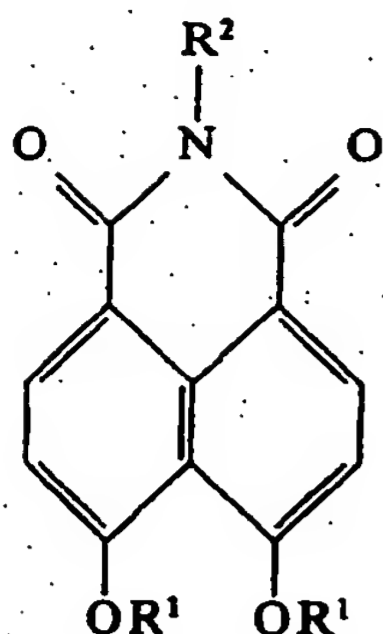
Bei Einarbeitung der beschriebenen optischen Aufheller in Basislacken wird in allen Fällen eine Aufhellung bzw. Unterdrückung des Gelbanteils des jeweils verwendeten Farbtöns erreicht. Beim Einsatz in Klarlacken, wie z. B. Alkyd-Melamin- oder Acrylharzlacken wird eine Kompensation der gelblichen Eigenfarbe erzielt. Außerdem wird eine wesentliche Verstärkung der Leuchtkraft der unter dem Klarlack befindlichen weiß oder bunt pigmentierten Basisschicht erzielt.

Bei der Verwendung von Schwarzpigmenten tritt beim Einsatz der Naphthalsäureimide ein Blaustich auf. Es besteht dadurch die Möglichkeit, eine Zweifarbenlackierung herzustellen, indem man auf einen schwarzen Untergrund einen farblosen Klarlack, der die beschriebenen optischen Aufheller enthält, aufbringt.

Bei Silbermetallic-Farbtönen wird ein auf andere Art und Weise nicht erreichbarer "Opaque-Effekt" als besonderer Metallic-Flop-Effekt erzielt. Besonders bevorzugt ist daher eine Mehrschichtdecklackierung, bei der die Basislackierung Metallpigmente und ggf. Farbpigmente und den optischen Aufheller der allgemeinen Formel (I) enthält und der darauf applizierte Klarlack keinen optischen Aufheller enthält. Im Gegensatz zu üblichen Metallic-Systemen ist der dort auftretende "Dunkel-Effekt" in Richtung "Bläulich-opaque" verschoben. Der sogenannte "Hell-Effekt" wird bei der erfindungsgemäßen Mehrschichtdecklackierung, die einen Metallic-Basislack enthält, nicht gestört, da die verwendeten optischen Aufheller transparent sind. Die beschriebenen Metallic-Mehrschichtlackierungen führen überraschenderweise zu dem Effekt, daß bei der sog. "Schrägsicht" ein neuer Farbeffekt auftritt, während bei der sog. "Aufsicht" das Licht sehr gut reflektiert wird.

Als Bindemittel für den Basis- und den Klarlack kommen alle für diesen Zweck bekannten Bindemittel in Frage. Die optischen Aufheller der allgemeinen Formel (I) sind im allgemeinen sehr gut verträglich. So kommen als Bindemittel für den Basis- und Klarlack der Mehrschichtdecklackierung beispielsweise Alkyd-, Polyester-, Acrylatharze sowie Melamin- und Harnstoffharze, Acrylat-Melaminharze und Acrylat-Polyurethan-Kombinationen in Frage.

Die vorliegende Erfindung betrifft auch Verfahren zur Herstellung der beschriebenen Mehrschicht-Decklackierung, bei denen die Klarlackschicht auf eine Metallpigmente und/oder Farbpigmente enthaltende Basislackierung aufgetragen wird, die dadurch gekennzeichnet sind, daß im Basislack und/oder im Klarlack in einem Anteil von 0,01 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die jeweilige Lackschicht, einer Verbindung der Naphthalimidreihe der allgemeinen Formel



(I)

in der die Reste R^1 gleich oder verschieden sind und C_1 - bis C_4 -Alkyl oder C_1 - bis C_4 -Alkoxyethyl bedeuten und der Rest R^2 C_1 - bis C_8 -Alkyl bedeutet, enthalten sind.

Dabei kann der Klarlack sowohl naß-in-naß, also ohne Zwischentrocknung der Basisschicht, als auch naß-auf-trocken aufgetragen werden. Vorteilhafterweise wird die Klarlackschicht nach dem Naß-in-naß-Verfahren auf die Basislackierung aufgetragen, da mit diesem Verfahren sowohl Energieersparnis als auch Zeitersparnis erreicht werden.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert. Teile bedeuten hierbei Gewichtsteile

Beispiel 1

Es wird ein Silbermetallic-Basislack hergestellt aus 25 Teilen eines lufttrocknenden Bindemittels (15%ig), 10 Teilen eines 60%igen Polyesterharzes, 5 Teilen eines Melaminharzes, 20 Teilen eines 6%igen Rheologiehilfsmittels, 4 Teilen Aluminiumpigmenten und 1 Teil 4,5-Dimethoxy-N-2-ethylhexylnaphthalsäureimid. Als Lösungsmittel werden 35 Teile einer Mischung aus Xylol und Butylacetat verwendet. Das verwendete Naphthalimidderivat wird in wenig polarem Lösungsmittel gelöst dem Basislack zugegeben. Der Basislack kann mit einer Schichtdicke zwischen 15 und 30 μm appliziert werden. Darüber wird nach 5 Minuten Abdunstzeit ein Klarlack auf Basis eines Alkydharzes aus Phthalsäureanhydrid, Pentaerythrit, Kokosnußölsäure und 2-Ethylhexansäure und eines mit Butanol teilveretherten Melamin-Formaldehyd-Harzes appliziert. Dann wird bei etwa 140°C eingebrannt.

Beispiel 2

Es wird ein Perleffekt-Basislack hergestellt aus 25 Teilen eines lufttrocknenden Bindemittels (15%), 10 Teilen eines Polyesterharzes (60%), 5 Teilen eines Melaminharzes (60%), 20 Teilen eines 6%igen Rheologiehilfsmittels, 4 Teilen eines Perleffektpigmentes (mit TiO_2 beschichteter Glimmer) und 1 Teil 4,5-Dimethoxy-N-2-ethylhexylnaphthalsäureimid. Als Lösungsmittel werden 35 Teile einer Mischung Xylol und Butylacetat verwendet. Das verwendete Naphthalimidderivat wurde in einem kleinen Teil der verwendeten Bindemittel angerieben. Der erhaltene Perleffekt-Basislack wird mit einer Schichtdicke von 25 μm appliziert. Darüber wird nach 5 Minuten Abdunstzeit ein Klarlack, wie in EP-A-3966 beschrieben, appliziert. Anschließend wird bei 140°C zusammen eingebrannt.

Beispiel 3

Es wird ein Uni-Basislack hergestellt aus 40 Teilen eines lufttrocknenden Bindemittels (30%), 20 Teilen eines Polyesterharzes (60%), 8 Teilen eines Melaminharzes (60%), 12 Teilen eines Rotpigmentes, 1 Teil 4,5-Diethoxy-N-2-ethylhexylnaphthalsäureimid und 19 Teilen Xylol. Der optische Aufheller wird in einem Teil der verwendeten Bindemittel angerieben und dem Basislack zugegeben. Der Basislack wird mit einer Schichtdicke von 30 μm appliziert. Darüber wird nach wenigen Minuten Abdunstzeit ein Klarlack auf Basis eines Hydroxylgruppen enthaltenden Polyesters und eines Aminoplastharzes aufgetragen. Die beiden Schichten werden gemeinsam bei 140°C eingebrannt.

Beispiel 4

Es wird analog dem Beispiel 3 verfahren, wobei jedoch anstelle des Rotpigmentes 12 Teile eines Titandioxidpigmentes vom Rutiltyp verwendet wird. Erhalten wird eine 2-Schicht-Weiß-Lackierung.

Beispiel 5

Es wird ein schwarzpigmentierter Basislack hergestellt aus 40 Teilen eines handelsüblichen lufttrocknenden Bindemittels (30%), 20 Teilen eines Polyesterharzes (60%), 8 Teilen eines Melaminharzes (60%), 6 Teilen eines Schwarzpigmentes, 1 Teil 4,5-Dimethoxy-N-2-ethylhexylnaphthalsäureimid und 25 Teile Xylol. Der optische Aufheller wird in den Lack eingearbeitet, indem er in einem Teil des verwendeten Bindemittels angerieben wird.

OS 36 42 621

Der hergestellte Basislack wird mit einer Schichtdicke von 15 µm aufgetragen, und nach einer Abdunstzeit von 5 Minuten wird ein Klarlack, wie er in der EP-A-3966 beschrieben ist, appliziert. Die beiden Schichten werden anschließend gemeinsam bei 140°C eingebrannt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)